

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-289446

(43)Date of publication of application : 18.10.1994

(51)Int.Cl. G02F 1/37

(21)Application number : 05-101897

(71)Applicant : IDEMITSU KOSAN CO LTD

(22)Date of filing : 05.04.1993

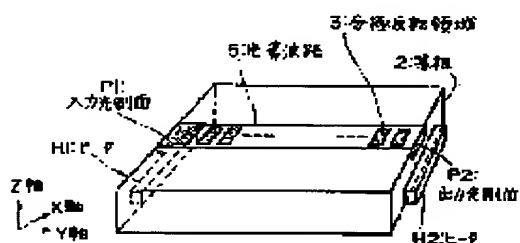
(72)Inventor : KAWABE YUTAKA

## (54) OPTICAL HIGHER HARMONIC GENERATOR

### (57)Abstract:

PURPOSE: To output stable second higher harmonics by imparting a temp. difference on the input and output light side surfaces of an optical waveguide arranged and formed with periodic polarization inversion regions in a waveguide direction on a nonlinear optical medium.

CONSTITUTION: The film of titanium is formed by an electron beam vapor deposition method using a mask having the same shape as the shape of a substrate 2 on the substrate consisting of lithium niobate cut to have a perpendicular Z-axis and is heat treated in a vacuum, by which the titanium is diffused and the polarization inversion regions 3 are formed on the substrate 2. In succession, the region to be formed with the optical waveguide is masked and the substrate 2 deposited with the tantalum acid is immersed into hot phosphoric acid and is heat treated, by which the optical waveguide 5 having the periodic polarization inversion regions is formed on the main surface of the substrate 2. The temp. difference between the surface on the input light side and the surface on the output light side is set in a 10 to 100° C range by heaters H1, H2 adhered to both end surface parts P1, P2 of the optical waveguide 5. As a result, the stable second harmonics are outputted in accordance with the basic wave emitted from a semiconductor laser.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-289446

(43)公開日 平成6年(1994)10月18日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

G 0 2 F 1/37

識別記号

庁内整理番号

9316-2K

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数3 F D (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平5-101897

(22)出願日 平成5年(1993)4月5日

(71)出願人 000183646

出光興産株式会社

東京都千代田区丸の内3丁目1番1号

(72)発明者 川辺 豊

千葉県袖ヶ浦市上泉1280番地 出光興産株式会社内

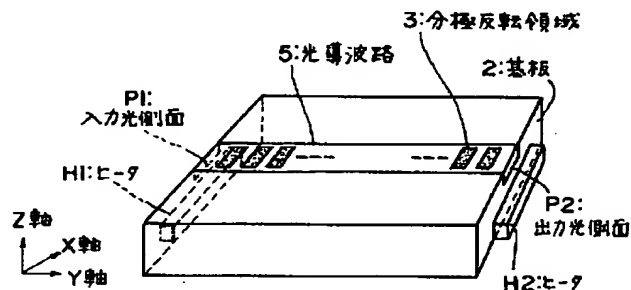
(74)代理人 弁理士 渡辺 喜平

(54)【発明の名称】 光高調波発生器

(57)【要約】

【目的】 半導体レーザから発せられる基本波を用いて安定な第二高調波を効率よく出力できるようにする。

【構成】 非線形光学媒質中に周期的分極反転領域5が配列形成された光導波路5の入力光側面部P1と出力光側面部P2とにそれぞれヒータH1、H2を設けて温度差を設けてあり、好ましくはこの温度差を10℃～100℃の範囲に設定してある。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 非線形光学媒質に、周期的分極反転領域を導波方向に配列形成した光導波路の入力光側の面と出力光側の面とに温度差を設けたことを特徴とする光高調波発生器。

【請求項2】 非線形光学媒質の入力光側の面または出力光側の面の少なくとも一方に設けたヒータによって、入力光側の面と出力光側の面との温度差を $10^{\circ}\text{C}\sim 100^{\circ}\text{C}$ の範囲に設定したことを特徴とする請求項1記載の光高調波発生器。

【請求項3】 非線形光学媒質の入力光側の面または出力光側の面の一方の温度が $20^{\circ}\text{C}\sim 100^{\circ}\text{C}$ の範囲に設定されていることを特徴とする請求項1または請求項2記載の光高調波発生器。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、コヒーレントな光を利用する光記憶装置、光情報処理装置、光計測装置などに用いられる光高調波発生器に関し、特に、安定した第二高調波を発生できるようにした光高調波発生器に関する。

## 【0002】

【従来の技術】半導体レーザは、コヒーレントな光を発生する小型な光源として、光ディスク装置、記憶再生が可能な光磁気ディスク装置、光情報処理装置、光計測装置などに広く利用されている。しかし、この半導体レーザから得られる光の波長は、 $0.78\sim 1.55\mu\text{m}$ の長波長領域にあるため、記憶密度の高密度化や高解像度再生、高密度伝送、高精度な計測の要求が高まっている現状では十分とは言えず、上記要求を満たすため、より波長の短い光が求められている。

【0003】このような短波長のコヒーレント光を比較的容易に得る手段としては、従来から波長変換素子である第二高調波発生器が注目されている。この第二高調波発生器は、周期的分極反転領域を有する非線形光学結晶の一端部に半導体レーザからの基本波を入射し、他端部から基本波の $1/2$ の波長の第二高調波を取り出すものである。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】通常、非線形光学結晶を用いて第二高調波を発生させようとする場合、基本波と高調波の位相を揃える必要性から、きわめて限定された幾何学的な配置が必要であり、なおかつ厳密な温度制御も要求される。このような困難な要求を克服するため、光導波路に周期的分極反転領域（周期的ドメイン反転領域）を設ける技術が提案されている。この技術を用いると、結晶の方位に限定されることなく、第二高調波を効率よく出力することができる。しかしこの場合、分極反転構造の周期は非常に厳密に設定される必要がある。さらに、最適な周期は入射する基本波の波長や周囲

温度に大きく依存するため、半導体レーザ本体の励起モードや結晶の温度を一定に保つために多くの工夫が必要となる。

【0005】例えば、特開平1-257922号においては、分極反転領域の周期を連続的に変化させることにより、いずれか一箇所で位相整合がなされるようにした光高調波発生器が提案されている。さらに、特開平3-31828号では、分極反転領域の光導波路の幅を連続的に変化させることにより、位相整合を満たせるようにした光高調波発生器が提案されている。また、特開平4-254835号では、分極反転領域の光導波路の幅を断続的に変化させることで、非線形光学結晶の主面に複数の伝搬定数を持つ光導波路とこの光導波路の伝搬方向に対して周期的な分極反転層とを有する高調波発生器が提案されている。そして、これにより、基本波を発する半導体レーザからの波長が変化した場合でも安定した第二高調波を発生できるとしている。しかし、これらのいずれの場合も、きわめて精密に制御された加工を結晶表面上に施す必要があり、素子の製作が非常に難しいという問題点があった。

【0006】本発明は、このような従来の技術が有する課題を解決するために提案されたものであり、多くの工夫を必要とせず、また、高精度の加工を素子に施すことなく、半導体レーザから発せられる基本波にもとづいて安定した第二高調波を出力できるようにした光高調波発生器の提供を目的とする。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため本発明の光高調波発生器は、非線形光学媒質に、周期的分極反転領域を配列形成した光導波路の入力光側の面と出力光側の面とに温度差を設けてあり、好ましくはこの温度差を $10^{\circ}\text{C}\sim 100^{\circ}\text{C}$ の範囲に設定してあるとともに、入力光側の面または出力光側の面の一方の温度が $20^{\circ}\text{C}\sim 100^{\circ}\text{C}$ の範囲となるように設定してある。

【0008】次に、この光高調波発生器の製作方法を説明する。非線形光学結晶上の主面に、光導波路と分極反転領域の周期構造とを形成する。非線形光学結晶としては、例えばニオブ酸リチウム( $\text{LiNbO}_3$ )やタンタル酸リチウム( $\text{LiTaO}_3$ )などの無機の強誘電体材料を用いることができ、分極反転領域を形成するプロセスと光導波路を形成するプロセスとから高調波発生素子を製作する。これらの技術はすでに種々開発されているので、任意の技術をそのまま利用できる。

【0009】例えば、YカットまたはZカットのニオブ酸リチウム基板を用いる場合は、まず基板表面の選択的な位置にTiを蒸着し、熱処理を施すことにより、分極反転領域を形成する。この際、各領域の境界面がX軸と垂直になるように調整する。また別の方法としては、基板表面の選択的な位置に電子線を照射するか、電圧を印加することでも分極反転領域を形成できる。

【0010】続いて、プロトン交換によって光導波路を形成するが、この場合、形成したい領域以外にマスクとして酸化タリウムを蒸着したのち、220℃の熱りん酸中に10分～1時間程度浸漬し、さらに大気中で350℃に加熱処理する。なお、光導波路はストライプ状、またはスラブ状の形状に形成する。続いて、基板下側の両端にヒータをそれぞれ設け、入力光側の面と出力光側の面との温度差が10～100℃となるように設定する。

【0011】次に、高分子材料を用いて素子を形成する方法を説明する。高分子材料としては、ポリスチレン、ポリメチルメタクリレート（PMMA）など透明でアモルファス性を有するものであればなんでもよい。この高分子材料に、2-メチル-4-ニトロアニリンや4-ニトロ-4'-アミノスチルベンなど光学的非線形性を有する色素を、メタノールやジクロロメタンなどの溶媒に溶解して、ガラス基板上に滴下したのち、スピンコートで回転させることにより、基板上に色素混合高分子層を形成する。

【0012】色素混合高分子層中に分極反転領域を形成する。この場合も公知の方法を利用できる。すなわち、薄膜化された高分子色素混合物をコロナポーリングによって全体を配向し、その後、蒸着やスパッタリングなどの方法を用いて電極パターンを生成し、ガラス転移よりもやや低い温度に保った状態で逆方向に電圧を印加することにより、電極パターンの形状に対応した領域を分極反転する。その後、マスク下で紫外線を照射することで、任意の形状の光導波路を形成する。

【0013】続いて、製作した高調波発生素子の両端に例えば抵抗加熱器からなるヒータを設ける。そして、これらヒータに素子外部に設けた電源を接続し、この電源から通電して入力光側の面と出力光側の面との温度差が10～100℃となるように設定する。この際、入力光側の面が出力光側の面に比べて低温になるようにする。また、入力光側の面または出力光側の面のいずれか一方の温度が20℃～100℃の範囲となるように設定するのが望ましい。なお、ヒータは、入力光側または出力光側のいずれか一方の面にのみ設けてもよい。これらの温度差及び温度調整は、外部に設置された電源から通電される電流量を調整することによって行なう。

【0014】ここで、入力光側の面と出力光側の面との温度差が10℃未満の場合は、素子の動作が外気温に対して不安定になるため不適切である。一方、温度差が100℃を超える場合は、高調波発生効率が低下するので不適切である。また、入力光側の面または出力光側の面のいずれか一方の温度が20℃未満の場合は、冷却を要するので不適切であり、一方、100℃を超える場合は、高温のため実装が困難になるので不適切である。

【0015】

【実施例】以下、本発明の実施例を具体的に説明する。

#### 実施例1

Z軸が基板面に垂直になるようにカットした（Zカットという）、厚さが0.5mm、大きさが20×20mm<sup>2</sup>のニオブ酸リチウム（LiNbO<sub>3</sub>）の基板（図示せず）上に、図1に示すような基板2と同形状のマスクを用いてチタン（Ti）を電子ビーム蒸着法によって1000オングストロームの厚さに製膜した。この際、加速電圧は5kV、電流は500mAとした。なお、分極反転領域を設けようとするマスク1の窓部1aの長さおよび間隔は3μmであり、窓部1aの幅は5μmとした。続いて、950℃の真空中に10時間放置して熱処理を行なうことで、Tiを拡散し図2および図3に示すように基板2上に分極反転領域3を形成した。続いて、図2に示すように、マスク4を用いて光導波路を形成しようとする領域を覆い、電子ビーム蒸着法によりタンタル酸（Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>）を基板2上に1μmの厚さに蒸着した。その際、加速電圧は5kV、電流は1Aに制御した。なお、マスク4の幅は7μmに設定した。その後、基板2の全体を230℃の熱りん酸中に10分間浸漬したのち、350℃の大気中に1時間放置して熱処理を行なった。この結果、基板2の主面に図4に示すように周期的な分極反転領域3を有する光導波路5を形成した。

【0016】続いて、図5に示すようにこの光導波路5の両端面部、すなわち入力光面部P1と出力光面部P2にヒータH1、H2を耐熱製エポキシ樹脂によってそれぞれ接着して設けた。そして、外部に設置した電源からの電流量を調整して入力光側面の温度が30℃、出力光側面の温度が80℃になるように各ヒータH1、H2に流れる電流を調節した。

【0017】このようにして製作した光高調波発生器の光導波路5の入力光側の面に対して、図6に示すように配置した実験装置の半導体レーザ6から、出力が100mWで波長が840nmの基本波のレーザ光をレンズ7で絞って入射したこのとき、出力光側の面から出射してきた光をフィルタ8に通して基本波を取り除き、420nmの第二高調波だけを取り出して、その強度を光強度計9で測定したところ、1.0mWの値を得た。

#### 【0018】実施例2

まず、光学的非線形性を有する色素である2-メチル-4-ニトロアニリン（MNA）の1重量%と、平均分子量10万のポリメチルメタクリレート（PMMA）の5重量%とを同時にメタノールに溶解し、この混合溶液をガラス基板10（図7参照）上に滴下したあと、スピンコート法によって厚さ0.6μmの色素混合高分子薄膜を形成した。続いて、この薄膜上に真空蒸着法によってアルミニウムを図7に示す形状のパターン11a、11bに蒸着し電極を形成した。このとき、ボート温度は700℃に調整し、膜厚1.0μmとした。この処理で使用したマスクは、このパターン11a、11bの形状の窓部を有したものであり、分極反転領域の幅および間隔が8μmとなるように設定した。その後、全体をPMM

Aのガラス転移温度である $105^{\circ}\text{C}$ よりもやや低い $101^{\circ}\text{C}$ に保ち、電極間に $150\text{V}$ の電界を印加して、1時間保持したのち温度を室温まで下げた。続いて、図7中、破線で示す幅 $15\mu\text{m}$ のマスキング領域に、 $355\text{nm}$ の紫外線を発する $400\text{W}$ の水銀ランプを用いて30分に照射した結果、分極反転層を有する光導波路5を形成できた。

【0019】続いて、図8に示すようにこの光導波路5の両端に、すなわち入力光面部P1と出力光面部P2にヒータH1、H2を耐熱性エポキシ樹脂によってそれぞれ接着して設けた。そして、外部に設置した電源からの通電量を調整して入力光側面の温度が $35^{\circ}\text{C}$ 、出力光側面の温度が $80^{\circ}\text{C}$ となるように各ヒータに流れる電流を調整した。なお、この実施例では、基板10の両端下部にヒータH1、H2をそれぞれ設置した。

【0020】このようにして製作した光高調波発生器の光導波路5に対して、図6に示したと同様な実験装置を用いて基本波となる $100\text{mW}$ 、 $840\text{nm}$ のレーザ光を入射して第二高調波の強度を測定したところ、 $1.0\text{mW}$ の出力値を観測した。

#### 【0021】比較例1

実施例2と同様な光導波路5を同じ工程によって基板10上に形成した。ただし、ヒータH1、H2は設けなかった。この光高調波発生器の導波路5に対して、図6に示す実験装置を用いて基本波である $100\text{mW}$ 、 $840\text{nm}$ のレーザ光を入射して第二高調波の出力を測定したところ、 $0.01\text{mW}$ 以下の出力値しか測定できなかった。

#### 【0022】評価

以上のことから、光高調波発生器の入力光側の面P1と出力光側の面P2にヒータH1、H2をそれぞれ設けて、光導波路の入力光側の面と出力光側の面に、 $10^{\circ}\text{C}$ ～ $100^{\circ}\text{C}$ の範囲内の所定の温度差を設けるとともに、入力光側または出力光側のいずれか一方の面の温度を $20^{\circ}\text{C}$ ～ $100^{\circ}\text{C}$ の範囲内とすることにより、安定な第二

高調波を効率よく出力できることを確認した。

#### 【0023】

【発明の効果】以上説明したように本発明によれば、非線形光学媒質で形成された光導波路の入力光側面と出力光側面とにヒータを用いて所定の温度差を設けるという簡単な方法により、安定した第二高調波を効率よく出力することができる。これにより、従来のように高精度な加工を素子に施す必要がなく、安定した性能を有する光高調波発生器を容易に製作できるという効果が得られる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明による光高調波発生器を製作するとき用いるマスクの平面図である。

【図2】図1のマスクを用いて作製された分極反転領域を示す平面図である。

【図3】図2のA-A線断面図である。

【図4】製作された光高調波発生器の斜視図である。

【図5】この光高調波発生器の側面図である。

【図6】第二高調波出力を計測するための測定装置を示す構成図である。

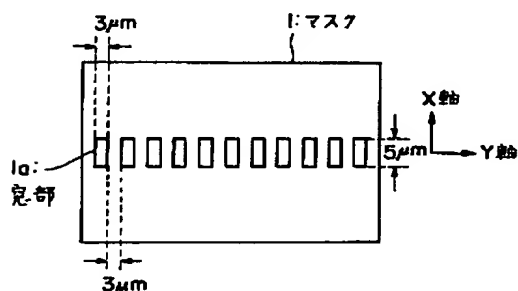
【図7】他の実施例の光高調波発生器の製作方法を説明するための図である。

【図8】他の実施例の光高調波発生器を示す側面図である。

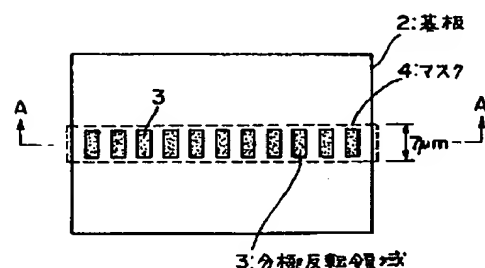
#### 【符号の説明】

- 1, 4, 12 マスク
- 2, 10 基板
- 3 分極反転領域
- 5 光導波路
- 6 半導体レーザ
- 7 レンズ
- 8 基本波を除去するフィルタ
- 9 光強度計
- H1, H2 ヒータ

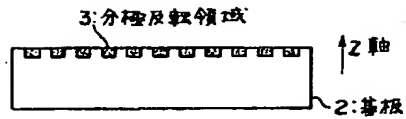
【図1】



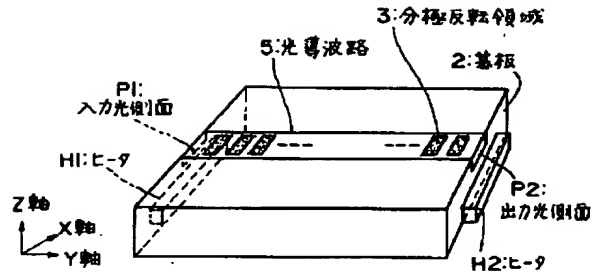
【図2】



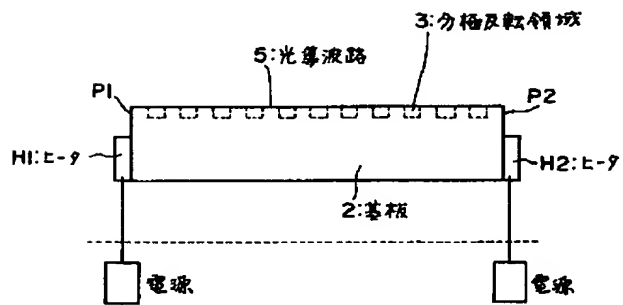
【図3】



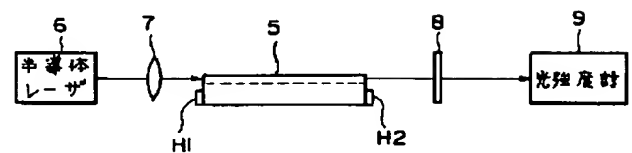
【図4】



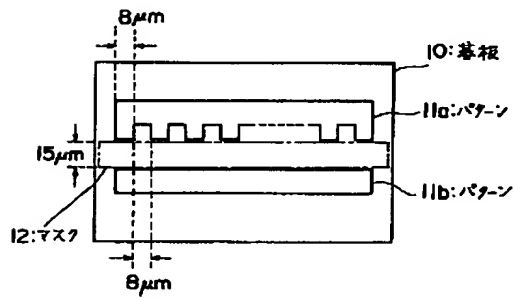
【図5】



【図6】



【図7】



【図8】

